19 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

#### INSTITUT NATIONAL DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

**PARIS** 

11) N° de publication :

(à n'utiliser que pour les commandes de reproduction)

•

2 681 427

21) N° d'enregistrement national :

91 11267

(51) Int Cl<sup>5</sup>: G 01 N 19/04, 21/84, 29/00; C 21 D 10/00

# (2) DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

**A1** 

22) Date de dépôt : 12.09.91.

(30) Priorité :

71 Demandeur(s) : AEROSPATIALE Société Nationale Industrielle — FR.

Inventeur(s): Baudinaud Vincent, Jolys Pascal et

43) Date de la mise à disposition du public de la demande : 19.03.93 Bulletin 93/11.

66 Liste des documents cités dans le rapport de recherche: Se reporter à la fin du présent fascicule.

60 Références à d'autres documents nationaux apparentés :

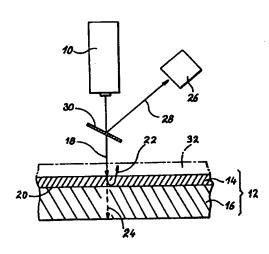
(74) Mandataire : Brevatome.

Lagain Philippe.

(73) Titulaire(s) :

(54) Procédé de contrôle de l'adhérence d'un revêtement sur un substrat d'impédance acoustique différente de celle du revêtement.

67) Afin de contrôler l'adhérence d'un revêtement (14) sur un substrat (16), on soumet un échantillon (12) à des chocs laser successifs en l'irradiant au moyen d'un laser monoimpulsion (10), dont on augmente progressivement la puissance, jusqu'à l'obtention d'un décoilement local du revêtement (14). La valeur de la puissance de l'impuision produisant le décoilement local détermine un seuil de décoilement du revêtement. Le décoilement local est repéré par un système ultrasonore de contrôle d'épaisseur, mis en œuvre après chaque impulsion laser. Une couche de confinement (32), placée sur l'échantillon (12), amplifie la puissance de l'onde créée par les impulsions reçues par ce demier. Après décoilement du revêtement, une observation de la zone superficielle du substrat qui portait ce revêtement permet éventuellement de connaître les causes d'une mauvalse adhérence et, par conséquent, de corriger la technique de dépôt.





PROCEDE DE CONTROLE DE L'ADHERENCE D'UN REVETEMENT SUR UN SUBSTRAT D'IMPEDANCE ACOUSTIQUE DIFFERENTE DE CELLE DU REVETEMENT.

### **DESCRIPTION**

L'invention concerne un procédé permettant de contrôler l'adhérence d'un revêtement sur un substrat, lorsque les deux matériaux présentent des impédances acoustiques différentes, en déterminant avec précision un seuil de décollement du revêtement.

5

Un tel procédé peut être utilisé pour contrôler des pièces dans lesquelles le substrat comme le revêtement déposé sur ce substrat sont réalisés en des matériaux qui peuvent être quelconques, pourvu que leurs impédances acoustiques soient sensiblement différentes. 15 Ainsi, le susbstrat peut être constitué par un métal, un alliage métallique, un matériau composite, etc.. Le revêtement peut également être constitué par un métal ou un alliage métallique, ou encore par une peinture, une matière plastique, etc..

Une méthode utilisée de façon classique pour contrôler l'adhérence d'un revêtement sur un substrat consiste à soumettre une éprouvette de la pièce à contrôler à un essai de flexion. Au cours de cet essai, on place les extrémités de l'éprouvette en appui sur des supports et on applique sur la partie centrale un effort de flexion dont on augmente progressivement la valeur jusqu'à la cassure ou le décollement du revêtement. Selon la valeur de l'effort conduisant à cette cassure ou a ce décollement, on estime que l'adhérence du revêtement est satisfaisante ou non, pour l'application envisagée.

Si ce procédé de contrôle est relativement facile à mettre en œuvre, il a pour inconvénient majeur de ne fournir aucune information sur l'origine de la mauvaise adhérence du revêtement, lorsque cette adhé-

rence est considérée comme insuffisante. En effet, la structure du substrat est modifiée de façon irréversible par l'essai de flexion, de sorte qu'elle n'est plus représentative de la structure présentée initialement par ce substrat dans la zone superficielle sur laquelle était déposé le revêtement. Lorsque l'adhérence du revêtement est insuffisante, cette méthode de contrôle classique ne fournit donc aucune information permettant de modifier la technique de dépôt pour tenir compte des causes de cette mauvaise adhérence.

Par ailleurs et comme l'illustre notamment le document FR-A-2 641 718, il est connu de nettoyer la surface de monuments, de meubles, ou d'objets solides, par exemple en verre, en acier ou en céramique, en uti-15 lisant un laser impulsionnel de puissance, à impulsions courtes, dont on focalise le faisceau sur la surface à nettoyer. Un tel nettoyage peut notamment permettre de débarrasser les objets traités de leur revêtement de peinture ou de vernis. Cependant, ce procédé n'est pas adapté au contrôle de l'adhérence d'un revêtement sur un substrat, puisqu'il a pour effet de détruire le revêtement en le brûlant ou en le vaporisant, en dirigeant sur l'objet un train d'impulsions dont la puissance réglable, et les effets mécaniques induits ne sont pas connus avec précision.

Il est également connu, comme l'illustre notamment le document US-A-3 850 698, de résorber les contraintes présentes dans une pièce métallique en soumettant cette pièce à un choc laser au moyen d'un laser 30 mono-impulsion de forte puissance. Pour accroître l'efficacité, une couche de confinement en un matériau transparent au rayonnement laser, tel que du verre ou de l'eau, est placée sur la face avant de la pièce. Cette couche permet de confiner la vapeur ou le plasma créé pendant l'interaction de l'impulsion laser avec la pièce, en l'empêchant de se détendre. Cependant, ce

document n'envisage à aucun moment d'utiliser un tel choc laser pour contrôler l'adhérence d'un revêtement sur un substrat.

L'invention a précisément pour objet un procé
5 dé original de contrôle de l'adhérence d'un revêtement sur un substrat, qui permet de déterminer avec précision le seuil de décollement du revêtement, tout en laissant pratiquement intacte la surface du substrat portant initialement le revêtement, ce qui permet de connaître, par une observation ultérieure de cette surface, l'origine éventuelle d'une mauvaise adhérence et, par conséquent, de corriger la technique de dépôt utilisée, si nécessaire.

Conformément à l'invention, ce résultat est obtenu au moyen d'un procédé de contrôle de l'adhérence d'un revêtement sur un substrat ayant une impédance acoustique différente de celle du revêtement, caractérisé par le fait qu'il consiste à irradier une interface entre le revêtement et le substrat par une impulsion laser unique de puissance connue, et à répéter cette opération avec des impulsions laser de puissance croissante, jusqu'à un décollement local du revêtement, de façon à détecter un seuil de décollement de ce revêtement correspondant à la puissance de l'impulsion laser produisant le décollement local.

On comprend qu'en appliquant sur la pièce des chocs laser successifs avec une puissance qui va en augmentant, il est possible de connaître avec précision la puissance de l'impulsion laser produisant le décollement, qui correspond au seuil de décollement du revêtement.

Etant donné qu'un décollement local du revêtement n'est pas forcément décelable à l'œil nu, on repère de préférence ce décollement local en inspectant l'in-35 terface revêtement-substrat après chaque impulsion laser, au moyen d'un système ultrasonore.

10

20

25

30

Le procédé de contrôle d'adhérence selon l'invention a pour avantage essentiel de laisser intacte la structure du substrat au voisinage de la surface sur laquelle était initialement déposé le revêtement. Une observation de cette surface, après le décollement complet du revêtement, permet donc d'analyser les causes d'une adhérence insuffisante et d'y remédier en modifiant la technique de dépôt.

Pour permettre le décollement complet du revêtement facilitant cette observation, une nouvelle impulsion laser est dirigée sur la pièce après un décollement local du revêtement.

De préférence et conformément aux enseignements du document US-A-3 850 698, chacune des impulsions laser est dirigée sur l'interface au travers d'une couche de confinement réalisée en un matériau transparent à cette impulsion, afin que les chocs créés par le faisceau laser de forte densité de puissance soient aussi élevés que possible.

Le laser mono-impulsion utilisé pour irradier la pièce est choisi de préférence afin que la durée de chacune des impulsions soit comprise entre environ 1 nanoseconde et 1 microseconde et pour que la puissance de crète soit comprise entre environ 107 et 10<sup>11</sup>W/cm<sup>2</sup>.

Selon le cas et notamment selon la nature du matériau formant le revêtement, les impulsions laser sont dirigées soit vers la face extérieure du revêtement, soit vers une face extérieure du substrat opposée au revêtement.

On décrira maintenant, à titre d'exemple non limitatif, un mode de réalisation préféré de l'invention en se référant aux dessins annexés, dans lesquels :

- la figure 1 est une vue de côté, en coupe 35 partielle, illustrant schématiquement une installation permettant d'appliquer un choc laser sur une pièce comportant un substrat recouvert d'un revêtement, afin de contrôler l'adhérence de ce dernier conformément à l'invention; et

- les figures 2A à 2D sont des vues en coupe schématique illustrant les principales étapes de mise en œuvre du procédé selon l'invention, dans un mode préférentiel de mise en œuvre de ce procédé.

Comme l'illustre très schématiquement la figure 1, l'invention repose sur l'utilisation d'un laser 10 mono-impulsion 10 apte à engendrer des chocs laser d'intensité connue sur une pièce 12, pour contrôler, sur un échantillon 12 d'une pièce donnée, l'adhérence d'un revêtement 14 sur un substrat 16. Comme on l'a déjà mentionné, ce procédé peut être utilisé quelle que soit la nature des matériaux constituant le revêtement 14 et le substrat 16, à la condition que l'impédance acoustique des deux matériaux soit différente. L'efficacité du procédé selon l'invention est d'autant plus grande que la différence entre les impédances acoustiques des deux matériaux est élevée.

20

25

30

35

Le laser mono-impulsion 10 utilisé conformément à l'invention est un appareil apte à émettre une impulsion laser de très courte durée (comprise entre environ 1 ns et  $1 \mu s$ ), et de forte puissance de crète (comprise entre environ  $10^7$  et  $10^{11}$  W/cm<sup>2</sup>). De telles performances peuvent notamment être obtenues avec un laser mono-impulsion tel qu'un laser TEA CO2 ou un laser à solides ou à excimères de forte puissance de crète.

Lorsqu'une telle impulsion laser 18 est dirigée sur la surface extérieure du revêtement 14, comme l'illustre la figure 1, ou sur la surface du substrat 16 opposée au revêtement 14, perpendiculairement à cette surface, un choc laser est appliqué sur l'échantillon. Compte tenu de la différence d'impédance acoustique entre le revêtement 14 et le substrat 16, une partie de l'onde de choc est réfléchie par l'interface 20 entre le revêtement 14 et le substrat 16, comme le symbolise la flèche 22 sur la figure 1. Le reste de l'impulsion est au contraire transmis au travers de l'interface 20 au substrat 16 comme le symbolise la flèche 24.

La partie 22 de l'impulsion laser réfléchie par l'interface 20 a pour effet d'exercer sur le revêtement 14 une force locale d'arrachement de ce revêtement, dont on comprend qu'elle peut conduire au décollement du revêtement si elle dépasse un seuil de décollement caractéristique de l'adhérence du revêtement sur le substrat 16.

10

15

20

25

30

35

Le procédé selon l'invention consiste à irradier l'échantillon 12 à contrôler par des impulsions laser uniques, de puissance connue, dont on augmente progressivement la valeur, jusqu'à ce que la force d'arrachement exercée par la partie réfléchie 22 de l'impulsion laser sur le revêtement 14 soit suffisante pour provoquer un décollement local de ce revêtement.

comme l'illustre très schématiquement la figure 1, la connaissance de la puissance de chacune des impulsions émises par le laser 10 est obtenue au moyen d'un calorimètre 26 vers lequel est déviée une très faible partie 28 de l'impulsion laser incidente 18 (par exemple, 0,5 ou 1%) au moyen d'une lame 30 à faces parallèles placée dans le trajet de l'impulsion laser incidente 18, entre le laser 10 et l'échantillon 12.

Avantageusement, on amplifie la puissance de chacune des impulsions laser reçues par l'échantillon 12 en plaçant sur la surface de celui-ci tournée vers le laser 10, c'est-à-dire sur la surface extérieure du revêtement 14 dans le mode de mise en œuvre représenté sur la figure 1, une couche de confinement 32, réalisée en un matériau transparent aux impulsions délivrées par

le laser 10, tel que du verre ou de l'eau. Cette couche de confinement 32 a pour effet de confiner la vapeur ou le plasma créé pendant l'interaction de l'impulsion laser avec l'échantillon 12, en l'empêchant de se détendre. L'effet de l'impulsion laser sur l'échantillon 12 s'en trouve ainsi amplifié, ce qui permet d'aboutir au résultat recherché en utilisant un laser mono-impulsion tel que ceux qui ont été cités précédemment à titre d'exemples.

10 En variante, la couche de confinement 32 peut être supprimée si l'on utilise un laser de plus forte puissance ou si le seuil de décollement que l'on désire mesurer est très bas.

Comme on l'a représenté schématiquement sur la figure 2A, le contrôle de l'adhérence du revêtement 15 14 sur le substrat 16 s'effectue, selon le principe qui vient d'être décrit en se référant à la figure 1, en irradiant l'échantillon par une impulsion laser unique 18 sensiblement perpendiculaire à l'interface 20 et dont la puissance, inférieure au seuil de décollement envisa-20 gé, est mesurée à l'aide du calorimètre 26. On répéte ensuite cette opération avec des impulsions laser dont la puissance augmente progressivement, jusqu'à ce qu'un décollement local 34 du revêtement 14 soit observé. La puissance de l'impulsion laser produisant ce décollement 25 local, qui est mesurée par le calorimètre 26, correspond au seuil de décollement du revêtement 14.

Etant donné qu'il est souvent très difficile de repérer visuellement un décollement local du revêtement 14, chaque irradiation de l'échantillon 12 par une impulsion laser 18 est de préférence suivie d'une inspection de l'échantillon à l'aide d'un système apte à détecter un décollement local 34, tel qu'un système ultrasonore 36, comme l'illustre la figure 28. Ce type d'inspection permet de déterminer avec une précision

30

35

supérieure à 20 % le seuil de décollement du revêtement 14.

Lorsque le seuil de décollement mesuré en mettant en œuvre le procédé qui vient d'être décrit est

inférieur au seuil de décollement désiré et même, dans
certains cas, lorsque le seuil de décollement mesuré
est satisfaisant, il est très utile d'effectuer une
observation superficielle du substrat 16 dans la zone
d'interface avec le revêtement 14. En particulier, dans
le cas d'un seuil de décollement trop faible, cette
observation peut permettre d'expliquer la mauvaise adhérence du revêtement et, par conséquent, d'en améliorer
la technique de dépôt.

Une telle observation, qui n'était pas possi15 ble avec les procédés de contrôle d'adhérence existants,
devient possible avec le procédé de contrôle selon l'invention. En effet, la zone superficielle 40 du substrat,
sur laquelle repose le revêtement 14, ne subit pas de
modification de structure sous l'effet des chocs laser
20 qui sont appliqués à la pièce jusqu'au décollement du
revêtement.

Comme l'illustre la figure 2C, pour permettre d'effectuer cette observation de la zone superficielle 40 du substrat 16 lorsqu'un décollement local 34 du revêtement 14 est intervenu, on soumet la pièce 12 à une nouvelle impulsion laser 18' dont la puissance peut être la même que la dernière impulsion laser qui a servi à produire le décollement local 34 ou, de préférence, légèrement supérieure. Sous l'effet de cette nouvelle impulsion laser, le revêtement 14 se décolle totalement du substrat 16. Il peut donc être retiré, comme l'illustre la flèche 38 sur la figure 2D, dénudant ainsi la surface 40 du substrat 16 qui portait auparavant le revêtement 14.

35 La surface 40 peut alors être observée soit

visuellement, soit à l'aide d'appareils tels que des microscopes permettant des visions agrandies de la structure superficielle du substrat, comme on l'a représenté schématiquement en 42 sur la figure 20.

5

10

15

20

25

30

35

Des essais effectués sur des échantillons, formés d'un substrat en TA6V portant un revêtement de carbure de tungstène déposé selon différentes techniques, ont permis de différencier ces échantillons, en mesurant leurs seuils de décollement correspondant à la densité de puissance de crète de l'impulsion laser provoquant un décollement local de revêtement, exprimée en watts par cm². En effet, il existe un écart important entre l'impédance acoustique Z = 2,2.106g.cm-2.s-1 du TA6V et l'impédance acoustique Z = 7,8.106g.cm-2.s-1 du carbure de tungstène.

Pour réaliser ces essais, on a utilisé un laser déclenché verre-neodyme, de type impulsionnel, délivrant dans l'air et à la pression atmosphérique des impulsions de longueur d'onde  $\lambda=1,06$  m, de durée égale à 30 ns, d'énergie réglable entre 1 et 60 joules et dont le diamètre d'impact était compris entre 9 mm et 20 mm. Ainsi, des densités de puissance de crète réglables entre  $10^8$  W/cm² et  $10^{11}$  W/cm² pouvaient être obtenues. On utilisait par ailleurs une couche de confinement placée sur l'échantillon.

L'évaluation du décollement était faite au moyen d'un système de contrôle à ultrasons portable, mesurant l'épaisseur de l'échantillon. Tant que le décollement n'était pas réalisé, l'épaisseur mesurée correspondait à l'épaisseur totale de l'échantillon (revêtement + substrat). En cas de décollement, seule l'épaisseur du revêtement était mesurée.

Des échantillons obtenus selon une première technique de dépôt (par jet de plasma) ont ainsi été testés pour des revêtements de 50 μm (échantillons PL 50) et de 100  $\mu$ m (échantillons PL 100). Des échantillons obtenus selon une technique de dépôt améliorée ont aussi été testés pour des revêtements de 50  $\mu$ m (échantillons JK 50) et de 100  $\mu$ m (échantillons JK 100).

- 5 Les seuils de décollement suivants ont été mesurés :
  - éprouvettes PL 50 : entre 2,5 et 4,9  $10^8$  W/cm<sup>2</sup>
  - éprouvettes PL 100 : environ 3,5 108 W/cm<sup>2</sup>
  - eprouvettes JK 50 : environ 6,5 108 W/cm<sup>2</sup>
- 10 éprouvettes JK 100 : environ 5,5 10<sup>8</sup> W/cm<sup>2</sup>

## Ces résultats indiquent :

- un niveau de décollement beaucoup plus faible avec la première technique de dépôt qu'avec la technique améliorée;
- des seuils voisins pour les échantillons PL 50 et PL 100 (dépôts d'épaisseur 50 μm et 100 μm) selon la première technique; l'épaisseur de dépôt ne serait donc pas un paramètre très influent; cette remarque peut aussi être faite avec la technique de dépôt amélioré (épaisseur 50 μm, seuil = 6,5 10<sup>8</sup> W/cm<sup>2</sup>; épaisseur 100 μm, seuil = 5,5 10<sup>8</sup> W/cm<sup>2</sup>).

L'observation de la zone superficielle initialement recouverte par le revêtement a ensuite permis de comprendre certains phénomènes qui expliquent les différences d'adhérence relevées, ce qui n'était pas possible avec les procédés de contrôle d'adhérence existants.

### REVENDICATIONS

1. Procédé de contrôle de l'adhérence d'un revêtement (14) sur un substrat (16) ayant une impédance acoustique différente de celle du revêtement, caractéri-5 sé par le fait qu'il consiste à irradier une interface (20) entre le revêtement et le substrat par une impulsion laser unique (18) de puissance connue, et à répéter cette opération avec des impulsions laser de puissance croissante, jusqu'à un décollement local (34) du revêtement, de façon à détecter un seuil de décollement de ce revêtement correspondant à la puissance de l'impulsion laser produisant le décollement local.

10

15

20

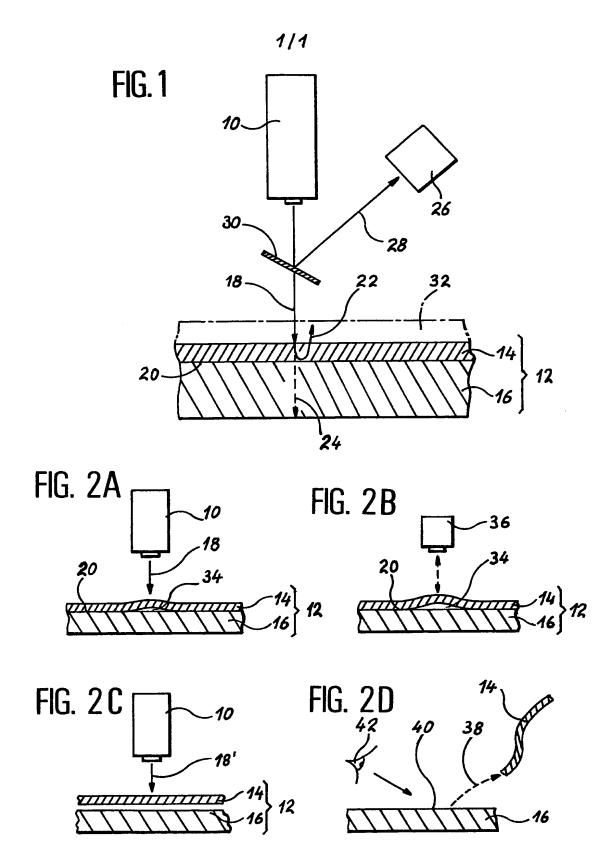
30

35

- 2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé par le fait qu'on inspecte l'interface revêtementsubstrat (20) après chaque impulsion laser, afin de repérer ledit décollement local (34).
- 3. Procédé selon la revendication 2, caractérisé par le fait qu'on inspecte l'interface revêtementsubstrat (20) au moyen d'un système ultrasonore (36).
- 4. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé par le fait qu'après un décollement local (34) du revêtement, on dirige une nouvelle impulsion laser sur l'interface revêtementsubstrat, de façon à décoller totalement le revêtement (14) du substrat (16), pour permettre une observation superficielle de ce dernier à l'emplacement de l'interface (20).
- 5. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé par le fait qu'on dirige chaque impulsion laser (18) sur l'interface au travers d'une couche de confinement (32) réalisée en un matériau transparent à ladite impulsion.
- 6. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé par le fait qu'on utilise des impulsions laser (18) de durée comprise entre

environ 1 ns et 1  $\mu$ s, pour une densité de puissance de crète comprise entre environ  $10^7$  et  $10^{11}$  W/cm<sup>2</sup>.

- 7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé par le fait qu'on crée une
  5 onde de choc se propageant à l'interface (20) entre le
  revêtement (14) et le substrat (16) en dirigeant les
  impulsions laser successives sur une face extérieure
  du revêtement (14).
- 8. Procédé selon l'une quelconque des revendi10 cations 1 à 6, caractérisé par le fait qu'on crée une onde de choc se propageant à l'interface (20) entre le revêtement (14) et le substrat (16) en dirigeant les impulsions laser successives sur une face extérieure du substrat (16) opposée au revêtement (14).



Nº d'enregistrement national

#### **INSTITUT NATIONAL**

de la

## PROPRIETE INDUSTRIELLE

## RAPPORT DE RECHERCHE

établi sur la base des dernières revendications déposées avant le commencement de la recherche

FR 9111267 463695

|   | JMENTS CONSIDERES COMMI  Citation du document avec indication, en cas   |   | de la demande   |   |  |
|---|---|---|---|---|--|
| atégorie  | des parties pertinentes   |   | examinée  |   |  |
| x   | US-A-3 605 486 (N.C. ANDERHOLM ET A<br>* colonne 3, ligne 56 - colonne 4,<br>* colonne 5, ligne 14 - ligne 28; 1  | 11gne 67 *  | 1,2,5-8   |   |  |
| X   | PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 14, no. 398 (P-1097)28 Août 19 & JP-A-2 150 764 ( MITSUBISHI HEAVY LTD. ) 11 Juin 1990 * abrégé *  | _   | 1-3   |   |  |
| K   | WORLD PATENTS INDEX LATEST Section EI. Week 8734, Derwent Publications Ltd., London, Class S, AN 87-240623/34 & SU-A-1 280 498 (LENINGRAD CELL-PA Décembre 1986 * abrégé *  | _   | 1,2,6-8   |   |  |
| (   | JOURNAL OF VACUUM SCIENCE & TECHNOL vol. 13, no. 1, Janvier 1976, WOODE pages 38 - 39; A.W. STEPHENS ET AL.: 'Measurement interfacial bond strength by laser * le document en entier *  | OURY NY, US   | 1,2,4,8   | DOMAINES TECHNIQUES<br>RECHERCHES (Int. Cl.5) |  |
| 4   | US-A-4 538 462 (J.J. HARTOG ET AL.)  * colonne 2, ligne 63 - colonne 3,  WORLD PATENTS INDEX LATEST Section EI, Week 8821, Derwent Publications Ltd., London, Class S, AN 88-146389/21 & SU-A-1 348 719 (PAPIROV I.I.) 30 (** abrégé ***) | ligne 11 *  | 1-3   |   |  |
|   |   |   |   |   |  |
|   | <del></del>   | ement de la recherche   |   | Examinateur                                   |  |
|   |   | AI 1992   |   | W C.M.  |  |
| CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES  X: particulièrement pertinent à lui seul Y: particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A: pertinent à l'encontre d'au moins une revendication ou arrière-plan technologique général |   | E : document de brev<br>à la date de dépôt<br>de dépôt ou qu'à i<br>D : cité dans la dema<br>L : cité pour d'autres | T: théorie ou principe à la base de l'invention E: document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D: cité dans la demande L: cité pour d'autres raisons |   |  |

1

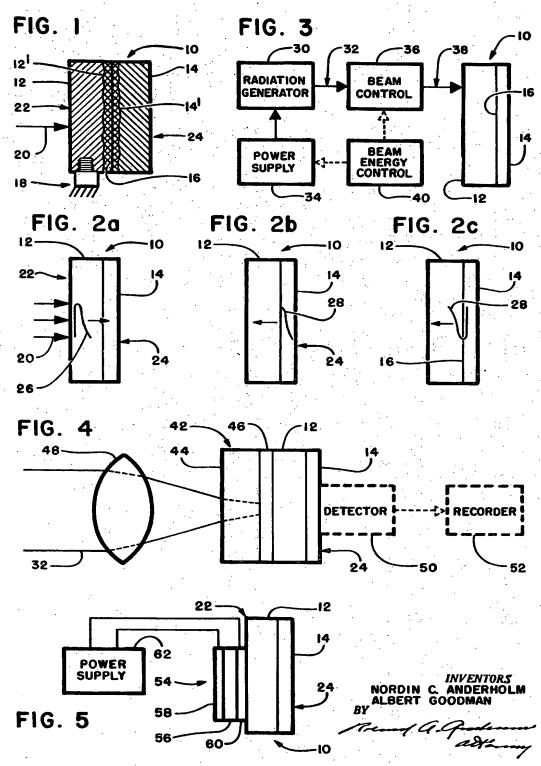
EPO FORM 1503 00.62 (PO113)

ou arrière-plan technologique général O : divulgation non-écrite P : document intercalaire

& : membre de la même famille, document correspondant

METHOD AND APPARATUS FOR MEASURING ADHESION OF MATERIAL BONDS

Filed Jan. 21, 1970



# This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record

# **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

BLACK BORDERS

IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES

FADED TEXT OR DRAWING

BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING

SKEWED/SLANTED IMAGES

COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS

GRAY SCALE DOCUMENTS

LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT

REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY

# IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

OTHER:

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.